

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-201891

(43)Date of publication of application : 27.07.2001

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08

G03G 15/20

(21)Application number : 2000-012467

(71)Applicant : MITSUBISHI CHEMICALS CORP

(22)Date of filing : 21.01.2000

(72)Inventor : KOIZUMI KATSUO
TAKAHASHI NORIAKI
ANDO OSAMU

(54) MANUFACTURING METHOD OF ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING
TONER, AND IMAGE-FORMING METHOD

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide the manufacturing method of a new electrostatic charge image developing toner which is short in the coating reaction time of resin particulates, and which has high toner yield, few in cohesion coarse grains, little energy losses in the production, low-temperature fixing property and stable on-shelf life (blocking resistance).

SOLUTION: In the manufacturing method of the electrostatic charge image developing toner, which forms coating resin on the toner core material containing at least a bonding resin and a coloring agent, the coating resin is formed by mixing the toner core material with the resin particulates being at least of two kinds with different glass transition points and by fixing or fusion-bonding the resin particles on the toner core material in the temperature increased.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.10.2003

[Date of sending the examiner's decision of
rejection]

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3702736

[Date of registration] 29.07.2005

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P) (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-201891
(P2001-201891A)

(43) 公開日 平成13年7月27日 (2001.7.27)

(5) Int. Cl.	識別記号	F I	チーゴト(参考)
G 0 3 G	9/087	G 0 3 G	9/08
	9/08		3 1 1
	15/20		1 0 1
			9/08
			3 8 1
			3 2 5

審査請求 未請求 請求項の数10 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特開2000-12467(P2000-12467)	(71) 出願人	00005568 三菱化学株式会社
(22) 出願日	平成12年1月21日 (2000.1.21)	(72) 発明者	東京都千代田区丸の内二丁目5番2号 小泉 勝男 神奈川県横浜市青葉区鶴田町1000番地 神奈川県横浜市中区磯子区磯子町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内 (72) 発明者 高橋 徳明 神奈川県横浜市青葉区鶴田町1000番地 三菱化学株式会社横浜総合研究所内 (74) 代理人 100103597 弁理士 長谷川 暁司

最終頁に続く

(54) 発明の名称 静電荷像現像用トナーの製造方法及び画像形成方法

(57) 要約

【課題】 低温度着性と保存安定性 (耐プロッキング性) を兼ね備えた静電荷像現像用トナーの製造法において、樹脂微粒子被覆反応の時間が短く、エネルギーロスが少なく、凝集粗粒が少なく、さらにトナー収率の高さ、新規な静電荷像現像用トナーの製造方法を提供すること。

【解決手段】 少なくとも結着樹脂及び着色剤を含有するトナー芯材上に被覆樹脂を被覆してなる静電荷像現像用トナーの製造方法であって、少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材を混合し、温度を上昇させながらトナー芯材上に樹脂微粒子を固着又は融着させて被覆樹脂を被覆することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくとも結着樹脂及び着色剤を含有するトナー芯材上に被覆樹脂を被覆してなる静電荷像現像用トナーの製造方法であって、少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材を混合し、温度を上昇させながらトナー芯材上に樹脂微粒子を固着又は融着させて被覆樹脂を被覆することを特徴とする静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項2】 少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子の平均粒径がいずれも、0.04~1.0μmであり、ガラス転移温度がいずれも45~110℃の範囲内である請求項1記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項3】 温度を段階的に上昇させながらトナー芯材に樹脂微粒子を固着又は融着させる請求項1又は2記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項4】 温度を連続的に上昇させながらトナー芯材に樹脂微粒子を固着又は融着させる請求項1又は2記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項5】 トナー芯材に用いられる結着樹脂のガラス転移温度 (T_g) が30~55℃の範囲であり、トナーの平均粒径が4~20μmである、請求項1乃至4のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項6】 少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子のうちの1種の樹脂微粒子 (A) のガラス転移温度 (T_{gA}) が45~75℃であり、他の1種の樹脂微粒子 (B) のガラス転移温度 (T_{gB}) が65~110℃であり、且つ、[T_{gA}<T_{gB}-20]の関係を満たすことを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項7】 [T_{gB}<T_{gA}<T_{gB}-20]の関係を満たすことを特徴とする請求項6に記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項8】 トナー芯材に用いる結着樹脂が、スチレンと、アクリル酸エステル又はメタクリル酸エステルとの共重合樹脂である請求項1乃至7のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項9】 トナー芯材に用いる結着樹脂が、スチレンと、アクリル酸エステル、アクリル酸、メタクリル酸エステル、メタクリル酸から選ばれた2種以上からなる三元又は多元共重合樹脂である請求項1乃至7のいずれかに記載の静電荷像現像用トナーの製造方法。

【請求項10】 請求項1乃至9のいずれかに記載の製造方法で得られたトナーを用い、プロセススピードが100mm/s以上の定着機によって定着を行うことを特徴とする画像形成方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、電子写真方式の複写機及びプリンターに用いられる静電荷像現像用トナーに関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、電子写真複写機やプリンターはエネルギーコストを低減するため、これらに使用される静電荷像現像用トナーとしては、より低温で定着できるものが望まれている。このような要求に対して、トナー結着樹脂のガラス転移温度 (以下、T_gと称することがある) 或いは溶融温度を下げる試みがなされたが、トナー結着樹脂のT_g或いは溶融温度を下げることもトナーの保存安定性 (耐プロッキング性) が悪くなり、とくに夏場には50℃にも及ぶ過酷な条件下に導されることもしばしばあるため、場合によってはトナーの形状を保てず、プロック状の着色樹脂になってしまうこともある。

【0003】 省エネルギーを主眼とした低温度着性静電荷像現像用トナーは、概して保存安定性 (耐プロッキング性) に問題があり、この低温度着性と保存安定性 (耐プロッキング性) には裏腹な関係が成り立ち、トナー結着樹脂の物性によってこの目的を達成しようとする場合、低温度着性を付与すると保存安定性 (耐プロッキング性) が悪くなり、保存安定性 (耐プロッキング性) を付与すると低温度着性が悪化するという結果になって、これを回避するために多量の合成エステルワックスをトナー中に含有させる方法 (特開平6-162699号) や懸濁重合を利用して低T_gのコアに高T_gのシェルを形成させる方法 (再公表特許WO97/01131) 等が提案されているが必ずしも満足できる性能は得られていない。

【0004】 これらの性能改良のために、本発明者らは鋭意検討を重ね、低T_gの芯トナーの表面に、T_gの異なる2種の樹脂微粒子を、2段階で被覆させる方法を開発した。(特開平11-362390号、及び特開平11-356833号) この方法によれば、低温度着性と保存安定性 (耐プロッキング性) の良好なトナーが得られるが、エネルギーロスの低減及び反転時間の短縮を求められていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、従来用いられていた低温度着性と保存安定性 (耐プロッキング性) を兼ね備えた静電荷像現像用トナーの製造法の欠点を克服し、樹脂微粒子被覆反応の時間が短く、エネルギーロスが少なく、凝集粗粒が少なく、さらにトナー収率の高さ、新規な静電荷像現像用トナーの製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、上記課題について鋭意検討した結果、少なくとも結着樹脂及び着色剤を含有するトナー芯材上に被覆樹脂を被覆してなる静電荷像現像用トナーの製造方法であって、少なくとも2種のガラス転移温度の異なる樹脂微粒子と、トナー芯材

(5)

得られたトナーは、T gの勾配が出来ていると考えられ
 *て、凝集粗粒が少なく、トナー収率も高い。

[0022]

【実施例】以下に実施例により本発明を具体的に説明す
 る。以下の例で「部」とあるのは「重量部」を意味す
 る。

[0023]

【表1】

(イ) トナー芯材の製造

乳化重合凝集トナーラシー

・スチレン/ブチルメタクリレート/アクリル酸=59/39/2の混合モノ

マーをデデ化ベンゼン/セソルホルン/ソダで乳化し、過酸化水素を開始剤

として乳化重合したラテックス (MW5、4万、樹脂Tg40℃、樹脂濃

度20wt%)

・ジアン顔料 (大日精化製 EP700) 分散物

(固形分濃度35wt%)

・パラフィンワックス (LUVAX-1266日本精練製) 乳化物 (固形分

濃度25wt%)

・荷電制御剤 (三菱化学製 MCN13NK) 分散物

(固形分濃度5wt%)

12部

【0024】上記各成分を混合攪拌しながらPH3.5 ※※ラーφ35mm)を用い、プロセススピード120mm
 に調整した後、時々粒子径を測定しながら1℃/min、シリコンオイルを使用
 し、温度を上げてテストした。

【0027】(3) 耐ブロッキング性評価方法

平らな磁性板の上に、長さ50mmのハーフパイプ2枚
 を輪ゴムで止めて組み合わせた、内径30mmの円筒の
 内部に、55mm程度の高さに切りそろえた薬包紙を筒
 上に丸めてセットし、この中にトナー10gを量りと
 る。その際、トナーの上部が出来ただけ平らになるよう
 に板面に仕込む。次いで、底部が平らで且つ底部の直
 径27mmの、重さ20gの分銅を、トナーが飛び出さ
 ないように慎重に乗せ、50℃、50%RHの環境下に
 5時間放置し、室温まで冷却してから分銅・薬包紙・ハ
 ーフパイプを取り外して、円柱状の耐ブロッキング性評
 価サンプルを作成する。続いてこの円柱状のサンプルに
 筒を乗せ、円柱状のサンプルが破壊したときの筒の重量
 (g又はkg)により耐ブロッキング性の判定をする。

判定は、○:0g<200g、

○:200g<500g、

△:500g<1kg、

×:1kg<3kg、

××:3kg<5kg<の値とする。

【0028】

【表3】

【実施例1】

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

低Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製SE-A)

高Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製ME-5015)

14.5部

【0029】を反応容器に取り、室温で平珎根様攪拌で

2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなった。

続いて、反応温度を45℃に昇温して2時間反応を継続

300回転で攪拌しながら、PHを3.0に調整して1

時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温して

50

し、芯トナーに樹脂微粒子混合物を固着させた。更に、

(6)

反応温度を60℃に昇温して2時間反応を継続して、芯
 トナーに樹脂微粒子混合物を完全に固着・保持させた
 後、室温まで冷却した。反応時間は7時間であった。続
 いて、透過・水洗・乾燥して2種混合樹脂微粒子被覆ト
 ナーを得た。

【0030】この樹脂微粒子固着トナーの粒径分布を測
 定したところを、平均粒子径は11.2μmで、16μ
 m以下の粒子量は95.1重量%であった。この2種混
 合樹脂微粒子被覆トナーで、二成分系複写機 (三田工業
 製 DC-2355)により未定着画像を形成させ、次
 いで定着機の温度を任意にコントロールできるように改
 造した、市販の複写機 (シャープ社製JX-8200)

の定着機を用いて、シリコンオイルを塗布しながら定着
 性の評価を実施したところ、120~200℃<の温度*
 凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)
 低Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製SE-A)

148部

15部

【0033】とした他は実施例1と同様に処理して、樹

脂微粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー

で、実施例1と同様に定着性の評価を実施したところ、

115~200℃<の温度 (200℃以上は実施していない※20

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

高Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製ME-5015)

14.5部

【0035】とした他は実施例1と同様に処理して、樹

脂微粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー

で、実施例1と同様に定着性の評価を実施したところ、

140~200℃<の温度 (200℃以上は実施してい

ない)の範囲で定着しているが、低温部での定着性が

劣っていることが確認された。耐ブロッキング性 (保存*

<第一段目反応>

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

低Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製SE-A)

148部

15部

【0037】を反応容器に取り、室温で平珎根様攪拌機で

300回転で攪拌しながら、PHを3.0に調整して1

時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温して

2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなった。

続いて、反応温度を40℃に昇温して2時間反応を継続

し、芯トナーに第一段目樹脂微粒子を固着させた。更

☆

高Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製ME-5015)

14.5部

【0039】を添加して、PHを2.0に調整し、室温

で1時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温

して2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなっ

た。続いて、反応温度を45℃に昇温して2時間反応を

継続し、芯トナー及び第一段目樹脂微粒子に第二段目樹

脂微粒子を固着させた。更に、反応温度を60℃に昇温

して2時間反応を継続して、芯トナー及び第一段目樹脂

微粒子材料に、第二段目樹脂微粒子を完全に固着・保持

させた後、室温まで冷却した。第二段目反応時間は7時

間であり、第一段目及び第二段目反応時間の合計は14

時間であった。続いて、透過・水洗・乾燥してTgの異

なる2段階樹脂微粒子被覆トナーを得た。この樹脂微粒

50

(6)

* (200℃以上は実施していない)の範囲で定着してい
 ることが確認された。また、耐ブロッキング性 (保存安
 定性)のテストでは150gと良好であった。

【0031】[比較例1]上記(イ)で得た凝集トナー
 ラシー (固形分濃度20.3%)の一部を、樹脂被覆処
 理を行わずに、透過・洗浄・乾燥して凝集トナー (樹脂
 Tg40℃、平均粒子径6.54μm)を得た。このト
 ナーを用いて、実施例1と同様に定着性の評価を実施し
 たところ、110~200℃<の温度 (200℃以上は

実施していない)の範囲で定着していることが確認され
 たが、耐ブロッキング性 (保存安定性)は5kg<であ
 った。

[0032]

【表4】[比較例2]反応組成、

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

低Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製SE-A)

148部

15部

【0033】とした他は実施例1と同様に処理して、樹

脂微粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー

で、実施例1と同様に定着性の評価を実施したところ、

115~200℃<の温度 (200℃以上は実施していない※20

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

高Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製ME-5015)

14.5部

【0035】とした他は実施例1と同様に処理して、樹

脂微粒子固着トナーを得た。この樹脂微粒子固着トナー

で、実施例1と同様に定着性の評価を実施したところ、

140~200℃<の温度 (200℃以上は実施してい

ない)の範囲で定着しているが、低温部での定着性が

劣っていることが確認された。耐ブロッキング性 (保存*

<第二段目反応>

凝集トナーラシー (固形分濃度20.3%)

低Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製SE-A)

148部

15部

【0037】を反応容器に取り、室温で平珎根様攪拌機で

300回転で攪拌しながら、PHを3.0に調整して2時間反応を継続し

て、第一段目樹脂微粒子を完全に固着・保持させた後、

室温まで冷却した。第一段目反応時間は7時間であっ

た。

【0038】

【表7】<第二段目反応>続いて、

高Tg樹脂微粒子分散液 (総研化学製ME-5015)

14.5部

【0039】を添加して、PHを2.0に調整し、室温

で1時間反応させた。続いて、反応温度を35℃に昇温

して2時間反応を継続すると、分散液に白濁がなくなっ

た。続いて、反応温度を45℃に昇温して2時間反応を

継続し、芯トナー及び第一段目樹脂微粒子に第二段目樹

脂微粒子を固着させた。更に、反応温度を60℃に昇温

して2時間反応を継続して、芯トナー及び第一段目樹脂

微粒子材料に、第二段目樹脂微粒子を完全に固着・保持

させた後、室温まで冷却した。第二段目反応時間は7時

間であり、第一段目及び第二段目反応時間の合計は14

時間であった。続いて、透過・水洗・乾燥してTgの異

なる2段階樹脂微粒子被覆トナーを得た。この樹脂微粒

50

(7)

II

21

良好であった。実験例1及び比較例1〜4の原料結果を
表1と表2に示す。本発明の製造方法で得られ
たナターは、低温安定性と保存安定性が両立しており、
しかもナター収率及び反応時間の点でも優れている。

第一節

	定製量 (°C)	保存 安定性	トナー収率 (%)	成膜時間 (hr)
実例 1	120~200度	○	95.1	7
比較例 1	110~200度	××		7
比較例 2	115~200度	△		7
比較例 3	140~200度	○		7
比較例 4	120~200度	○	86.9	14

【0042】
 本発明の製造方法によれば、収率良く怪
 20 害を兼ね備えたトナーを、容易に製造することが出来る。
 具体的に、低湿安定性と保存安定性（耐ブロッキング性）

フロントページの表紙

(72) 发明者 安藤 修
神奈川县横浜市青浦区鹤志田町10番地
Fターム(参考) 2H005 A001 A111 A415 A803 C404
E003 E405 F801
2H033 A420 B458 B837
三菱化学株式会社横浜総合研究所内